



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО СССР
(ГОСПАТЕНТ СССР)

(19) SU (11) 1787589 A1

(51)S B 07 C 5/342, 5/346

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



1

- (21) 4872020/12
(22) 10.10.90
(46) 15.01.93, Бюл. № 2
(71) Ленинградский горный институт им. Г.В.Плеханова
(72) Н.Б.Решетняк и Л.К.Горшков
(56) Новиков Н.В. и др. Физические свойства алмаза. Киев: Наукова думка, 1987, с.188.

(54) СПОСОБ КОНТРОЛЯ И СОРТИРОВКИ КРИСТАЛЛОВ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА

(57) Сущность изобретения: способ контроля и сортировки кристаллов синтетического алмаза, предусматривающий отбор кристаллов без видимых физических дефектов в установленном диапазоне крупности, воздействие на каждый кристалл выделенной среди них контрольной партии кристал-

2

лов разрушающим усилием с последующим его измерением, определение предельного уровня прочности и сортировки кристаллов по результатам сравнения с ним, перед отбором контрольной партии все кристаллы облучают монохроматическим излучением, регистрируют индуцированную полосу комбинационного рассеяния с диапазоном значений 1330 ± 3 см⁻¹ и полосу фотolumинесценции на длине волны 690 ± 10 нм, измеряют интенсивности пика полосы комбинационного рассеяния и интенсивность фотolumинесценции на длине волны 690 нм, вычисляют значения отношений указанных интенсивностей и осуществляют отбор по величинам этих значений, соответствующих предельному уровню прочности. 1 табл.

Изобретение относится к области буровой, металл- и камнеобрабатывающей техники, где используются инструменты, оснащенные природными и синтетическими алмазами, а также может быть использовано в кристаллооптике и ювелирном производстве.

Известен неразрушающий способ оценки прочностных свойств алмазов, основанный на измерении концентрации оптически активных азотных дефектов A, B1 и B2, которые, как показывает практика, наиболее сильно влияют на прочность алмазов. Однако для кристаллов синтетического алмаза этот способ неэффективен, так как указанные выше дефекты присущи только природным кристаллам.

Наиболее близким к изобретению является способ сортировки синтетических алмазов по прочности путем отбора кристаллов определенного диапазона крупности, основанный на разрушении контрольной партии кристаллов из числа отобранных, измерении разрушающей нагрузки, вычислении среднего арифметического из полученных значений и оценке по этому среднему прочностных свойств всей оставшейся партии кристаллов алмазов.

Недостатком этого способа является необходимость разрушать значительное количество (до 10%) кристаллов в партии, что приводит к значительным потерям дефицитного алмазного сырья, а также низкие эффективность и качество сортировки, обусловленные большим объемом ручной

(19) SU (11) 1787589 A1

работы. Кроме того, этот способ не может быть использован для улучшения качественных показателей сырья за счет отбора наиболее высокопрочных кристаллов.

Целью изобретения является повышение качества контроля и сортировки кристаллов синтетического алмаза по прочности.

На фиг. 1 показаны спектры монохроматического (лазерного) вторичного свечения, то есть полосы комбинационного рассеяния (КР) и фотолуминесценции (ФЛ), зарегистрированные от линий возбуждения 514,5 нм для синтетических алмазов АС-100 с различными разрушающими нагрузками: 265,3 Н (а) и 50,4 Н (б); на фиг. 2 изображена графическая корреляционная зависимость отношений пиков интенсивности I_2 полосы ФЛ на длине волны 690 нм и интенсивности I_1 полосы КР с частотой $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$, то есть $I_2/I_1 = K$, где K — безразмерный параметр, зависящий от величины разрушающей нагрузки для испытываемых кристаллов алмаза АС-100 (цифрами отмечены номера образцов кристаллов, испытанных в приведенном примере осуществления способа).

Из предназначенных для сортировки и контроля прочности кристаллов синтетического алмаза, отобранных по установленным диапазонам крупности без видимых физических дефектов, выделяют контрольную партию кристаллов, которые должны пройти воздействие разрушающей нагрузкой с измерением уровня прочности на одноосное сжатие. Перед этим все кристаллы, включая и контрольную партию, облучают монохроматическим (лазерным) излучением и регистрируют индуцированную полосу КР с диапазоном значений $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$ и полосу ФЛ на длине волны $690 \pm 10 \text{ нм}$, затем измеряют интенсивность пика КР и интенсивность ФЛ на длине волны 690 нм, вычисляют значение отношений указанных интенсивностей, определяют параметр K и осуществляют отбор кристаллов по величинам отношений интенсивностей КР и ФЛ, соответствующим предельным уровням прочности, используя предварительно построенную корреляционную зависимость.

Способ основан на обнаруженной у кристаллов синтетического алмаза обратная корреляция прочности на одноосное сжатие с интенсивностью полосы ФЛ $690 \pm 10 \text{ нм}$. Появление красной полосы ФЛ $690 \pm 10 \text{ нм}$ связано с незатронутыми дефектами кристаллической решетки алмаза, которые в значительной мере определяют его прочность. Однако, при сравнении абсолютной интенсивности ФЛ возникают ошибки, обуслов-

ленные сложностью учета ряда трудноконтролируемых факторов (характера поверхности образцов, их формы, цвета, размеров, качества юстировки оптики и т.п.).

Для предупреждения этих ошибок абсолютные измерения заменяют относительными, используя в качестве реперной линии пика полосы КР в диапазоне $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$, которая высвечивается в процессе отклика кристалла на монохроматическое возбуждение наряду с ФЛ. С этой целью и вводится безразмерный параметр K , отмеченный выше.

Способ реализуется следующим образом.

С помощью сил отбирают для испытаний кристаллы алмазов определенных диапазонов крупности. Отобранные кристаллы без какой-либо предварительной обработки помещают один за другим перед входной щелью спектрометра и освещают сфокусированным на любой линии возбуждения пучком монохроматического излучения, например, лазерного, в ультрафиолетовой или видимой области.

Попадание кристалла в фокус луча контролируется по возникновению яркого блика рассеянного излучения. Сигнал вторичного свечения (КР + ФЛ) регистрируют с помощью спектрометра КР, например, типа ДФС производства ЛОМО. При этом вместо записи полного спектра можно ограничиться регистрацией узких участков спектра вблизи максимумов полосы КР $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$ и полосы ФЛ $690 \pm 10 \text{ нм}$, чего достаточно для измерения их интенсивностей (I_1 и I_2). Далее определяют параметр K и сортируют кристаллы по прочности.

Примечание. Следует произвести сортировку некоторой партии кристаллов синтетического алмаза АС-100 в количестве 17 образцов по прочности таким образом, чтобы выделить две группы кристаллов с прочностью выше 100 Н и ниже 100 Н, так как по паспорту у этих кристаллов средний показатель прочности на одноосное сжатие составляет в среднем 100 Н.

Исследуемые кристаллы последовательно помещают перед входной щелью спектрометра КР типа РТ1-30 фирмы "Дипор" (Франция) и облучают монохроматической линией Ar^+ лазера с длиной волны 514,5 нм (модель 164-06 фирмы "Спектра" Физикс) мощностью 100 мВт. Сигналы вторичного свечения, включающего спектр КР $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$ и полосу ФЛ $690 \pm 10 \text{ нм}$, регистрируют на ленте самописца с помощью охлаждаемого фотоумногителя ФЭУ типа С-20 в режиме постоянного тока. По полученным

данным рассчитывают параметр К. Далее обращаются к предварительно построенной для контрольной партии кристаллов, прошедших разрушающие испытания на прочность, кривой зависимости параметра К от величины разрушающей нагрузки, откуда следует, что требуемый показатель прочности, равный или больший 100 Н, обеспечивается для кристаллов, у которых $K \leq 0.3$, то есть для образцов №№ 1, 3-6, 9, 11, 12, 16 (всего 9 кристаллов). У остальных кристаллов предполагается прочность ниже 100 Н.

Для контроля правильности измерений прочности производят прямые разрушающие испытания всех 17 кристаллов на динамометре Да-2А (см. таблицу). Как показывают результаты разрушающих испытаний, в группу из 9 кристаллов, где предполагалась прочность, равная или большая 100 Н, попал всего один кристалл с прочностью менее 100 Н (образец № 16 с прочностью 70,1 Н), что свидетельствует о достаточно высокой точности и надежности контроля качества и сортировки синтетических алмазов рассматриваемым способом.

Таким образом, показано, что изобретение пригодно для эффективной сортировки и контроля качества кристаллов синтетического алмаза по прочности. При этом коэффициент корреляции для 17 испытываемых кристаллов, связывающий параметр К с разрушающей нагрузкой, в приведенном примере составил 0,64, что подтверждает наличие корреляционной связи между названными величинами.

Применение изобретения повышает эффективность и качество сортировки син-

тетических алмазов, обеспечивает надежность и объективность получаемых результатов, способствует улучшению технологических качеств алмазного сырья за счет выделения наиболее высокопрочных кристаллов и снижению потерь алмазов при разрушающих испытаниях. Все это создает основу для улучшения техники экономических показателей алмазного бурения, металло- и камнеобработки.

Формула изобретения

Способ контроля и сортировки кристаллов синтетического алмаза, предусматривающий отбор кристаллов без видимых физических дефектов и в установленном диапазоне крупности, воздействие на каждый кристалл выделенной среди них контрольной партии кристаллов разрушающим усилием с последующим его измерением, определение предельного уровня прочности и сортировку кристаллов, отличающийся тем, что с целью повышения качества сортировки, перед отбором контрольной партии все кристаллы облучают монохроматическим излучением, регистрируют индуцированную полосу комбинационного рассеяния с диапазоном значений $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$ и полосу фотолуминесценции на длине волны $690 \pm 10 \text{ нм}$, измеряют интенсивности пика полосы комбинационного рассеяния и интенсивность фотолуминесценции на длине волны 690 нм, вычисляют значения отношений указанных интенсивностей и осуществляют отбор по величинам этих значений, соответствующим предельному уровню прочности.

№№ образцов	Параметр К	Разрушающая нагрузка, Н
1	0.28	145,7
2	0.40	92,5
3	0.09	265,3
4	0.10	243,6
5	0.08	178,1
6	0.07	100,1
7	0.34	95,5
8	0.35	62,9
9	0.01	149,6
10	0.38	159,6
11	0.14	215,1
12	0.33	260,6
13	0.38	135,7
14	0.45	50,4
15	0.67	24,8
16	0.26	70,1
17	0.74	49,6